

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局(43) 国際公開日  
2003 年 11 月 6 日 (06.11.2003)

PCT

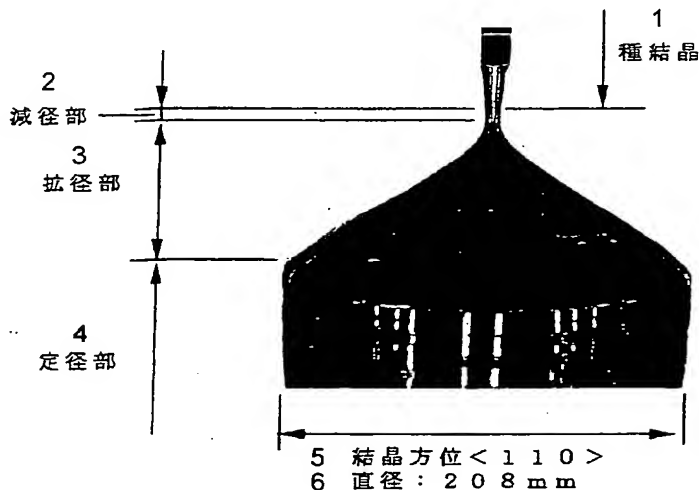
(10) 国際公開番号  
WO 03/091483 A1

- (51) 国際特許分類<sup>7</sup>: C30B 29/06, 15/36 [JP/JP]; 〒100-0005 東京都千代田区丸の内1丁目4番2号 Tokyo (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP03/05167
- (22) 国際出願日: 2003 年 4 月 23 日 (23.04.2003)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:  
特願2002-122250 2002 年 4 月 24 日 (24.04.2002) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 信越半導体株式会社 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO.,LTD.)
- (72) 発明者: および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 布施川 泉 (FUSEGAWA, Izumi) [JP/JP]; 〒961-8061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平150番地 信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima (JP). 大國 禎之 (OKUNI, Sadayuki) [JP/JP]; 〒961-8061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平150番地 信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima (JP). 三田村 伸晃 (MITAMURA, Nobuaki) [JP/JP]; 〒961-8061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平150番地 信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima (JP). 太田 友彦 (OHTA, Tomohiko) [JP/JP];

[続葉有]

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING SILICON SINGLE CRYSTAL AND, SILICON SINGLE CRYSTAL AND SILICON WAFER

(54) 発明の名称: シリコン単結晶の製造方法並びにシリコン単結晶とシリコンウエーハ



- 1...SEED CRYSTAL  
2...DECREASING DIAMETER PORTION  
3...INCREASING DIAMETER PORTION  
4...CONSTANT DIAMETER PORTION  
5...CRYSTAL ORIENTATION <110>  
6...DIAMETER: 208 mm

(57) Abstract: A method for producing a silicon single crystal by the Czochralski method not utilizing the Dash Necking method, which comprises using a seed crystal having a shape wherein an end portion is pointed or a part of a pointed end portion is cut off and the angle of such an end portion is 28° or less, stopping the fall of the seed crystal just before the contact of the end portion with a silicon melt, elevating the temperature of the seed crystal, contacting the end portion with the silicon melt, allowing the seed crystal to sink in the silicon melt down to a desired diameter, and, in pulling up a silicon single crystal thereafter, maintaining the variation of the temperature of the surface of the silicon melt at a range of  $\pm 5^\circ \text{C}$  or less at least until the start of pulling up the seed single crystal. The method allows, in the growth of a silicon single crystal by the Czochralski method not utilizing the Dash Necking method, the enhancement of probability of success in the growth of a single crystal with no dislocation and also the growth of a silicon single crystal which has a crystal orientation of <110> and also is of great diameter and high weight, for example, has a diameter of a constant diameter portion of greater than 200 mm.

(57) 要約: 本発明は、ダッシュネックング法を行わないチョクラスキー法によるシリコン単結晶の製造方法において、先端部の角度が28°以下である先端の尖った

[続葉有]

WO 03/091483 A1

Best Available Copy



〒961-8061 福島県 西白河郡西郷村 大字小田倉字大平 1 5 0 番地 信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima (JP). 勝岡 信生 (KATUOKA, Nobuo) [JP/JP]; 〒961-8061 福島県 西白河郡西郷村 大字小田倉字大平 1 5 0 番地 信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima (JP).

(74) 代理人: 好宮 幹夫 (YOSHIMIYA, Mikio); 〒111-0041 東京都台東区元浅草2丁目6番4号上野三生ビル 4 F Tokyo (JP).

(81) 指定国 (国内): CN, JP, KR, US.

(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR).

添付公開書類:

— 国際調査報告書

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

または尖った先端を切り取った形状の種結晶を用い、前記種結晶の先端部をシリコン融液に接触させる前にシリコン融液の直上で止め加温し、その後、前記種結晶の先端部をシリコン融液に接触させ、所望径までシリコン融液に沈め、その後、引上げに転じて単結晶の引上げを行う場合に、少なくとも前記種結晶の先端部をシリコン融液に接触させ引上げに転じるまでの間は、シリコン融液表面の温度変動を $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 以下に保つシリコン単結晶の製造方法である。これにより、ダッシュ-ネッキング法を使用することなくチョクラルスキー法によりシリコン単結晶を育成する方法において、無転位で単結晶を育成できる成功率を高めると同時に、結晶方位が $\langle 110 \rangle$ のシリコン単結晶の育成であっても、定径部径が200mmを超える大直径高重量のシリコン単結晶の育成を可能とする。

## 明 細 書

シリコン単結晶の製造方法並びにシリコン単結晶とシリコンウエーハ

## 5 技術分野

本発明は、チョクラルスキー法（以下、「CZ法」とも称する。）を用いたシリコン単結晶の製造方法に関し、より詳しくは先端の尖ったまたは尖った先端を切り取った形状の種結晶を用いて、ダッシュューネッキング（Dash Necking）法を用いることなくチョクラルスキー法によりシリコン単結晶を育成製造する方法と、  
10 それにより製造されたシリコン単結晶並びにシリコンウエーハに関する。

## 背景技術

半導体素子を形成する基板材料であるウエーハには、主にCZ法により育成されたシリコン単結晶をウエーハ状に加工した、シリコンウエーハが用いられている。一般的に、CZ法を用いたシリコン単結晶の育成では、図2（A）（B）に示す形状の種結晶を、融点である1420℃以上に加熱されたシリコン融液に静かに接触させ、種結晶温度が安定したところで、融液上方へ種結晶を徐々に引上げる  
15 ことによって、種結晶の下方にシリコン単結晶の育成を図る。この時、種結晶を高温のシリコン融液に着液した際にもたらされる熱衝撃で、種結晶には無数のスリップ転位が発生するため、このスリップ転位を除去する目的で、図4に図示するように、種結晶下方に成長する結晶の径を、一旦、3～5mm程度まで徐々に細くする絞り部を形成する。そして、スリップ転位が育成結晶から除去できた  
20 時点で、今度は静かに所望の直径まで結晶径を広げ（拡径部の形成）、必要とする定径部直径を持った略円柱状のシリコン単結晶を引上げる。

種結晶をシリコン融液に接触した際に生じるスリップ転位を、結晶径を3～5mm程度まで細く絞ることによって除去する方法は、ダッシュューネッキング法と呼ばれ、CZ法を用いたシリコン単結晶の育成では広く利用されている製造方法である。

一方、昨今のシリコン単結晶製造では、シリコン単結晶そのものの生産性を高

めるため、単結晶の定径部を可能な限り長くする生産形態を取り入れたり、半導体素子の大型化や歩留り向上を目指し、直径の大きなシリコンウエーハが必要とされることから、引上げる単結晶の大直径化、高重量化が進んでいる。

5      このような大直径、高重量のシリコン単結晶を育成するには、絞り部の径を5 mm以下にしなくてはスリップ転位を除去できないダッシュューネッキング法に頼って生産を行っていたのでは、自ずと限界が生じてしまう。

10      このため、最近ではダッシュューネッキング法を用いることなく、無転位でシリコン単結晶を育成する方法も検討されつつある。例えば、特開平10-203898号公報には、先端の尖った形状あるいは尖った先端を切り取った形状の種結晶を用いて、絞り部を形成することなくシリコン単結晶を成長させる技術が開示されている。

15      この特開平10-203898号公報に開示されている技術を用いれば、種結晶先端に成長する結晶の径を5 mm以下に細く絞らなくとも、無転位のシリコン結晶を成長させることができるため、大直径結晶や高重量結晶を育成するのに有利となる。

20      しかしながら、上述の特開平10-203898号公報に記載されたシリコン単結晶の製造技術では、種結晶をシリコン融液に着液させた際に、いかにスリップ転位を生じさせないように操業条件を整えるかが問題となる。例え、先端の形状が尖ったまたは尖った先端を切り取った形状の種結晶であっても、シリコン融液に着液した際に種結晶とシリコン融液の温度の差が必要以上に大きい場合は、無数のスリップ転位が種結晶に入り、ネッキングを施さなければスリップ転位を消滅させることが不可能になる。また、種結晶先端部を所望の径までシリコン融液に浸漬する間でも、シリコン融液の温度が大きく変化すると種結晶にスリップ転位が入ってしまう等、操業面で検討されるべき点も数多く残されていた。

25      また、このシリコンウエーハには、物理的な特徴や結晶成長あるいは半導体素子を製造する工程での優位性から、半導体素子を形成するウエーハ主面の面方位が(100)や(111)のシリコンウエーハが多用されてきた。しかし、近年、半導体素子を形成した際のキャリアの移動が結晶方位に大きく依存することから、半導体素子の動作速度の高速化を目指し、スイッチング速度の高速化が期待でき

る面方位（ $110$ ）のシリコンウエーハが注目されつつある（日経マイクロデバイス、 $2001$ 年 $2$ 月号No.  $188$ 、日経BP社、 $2001$ 年 $2$ 月 $1$ 日発行）。

この面方位（ $110$ ）のシリコンウエーハを得るには、結晶方位が $\langle 100 \rangle$ や $\langle 111 \rangle$ であるシリコン単結晶を、（ $110$ ）面がウエーハ主面となるように加工を施すか、始めから結晶方位が $\langle 110 \rangle$ のシリコン単結晶を育成しシリコンウエーハに加工する方法がある。しかし、前者の結晶方位 $\langle 100 \rangle$ や $\langle 111 \rangle$ の単結晶から、主面の面方位が（ $110$ ）となるシリコンウエーハを製造する方法には、主面が（ $110$ ）面となるよう円筒状の結晶を斜めに切断する必要があることから、一般的な半導体素子の基板とされる略円形のシリコンウエーハを得るには、形状を整えるための削り代が大きなロスとなるし、加工に要する時間も長くなるので、工業的にシリコンウエーハを量産するのには効率の良い方法ではない。

これに対し、始めから結晶方位が $\langle 110 \rangle$ の単結晶を育成し、（ $110$ ）面を主面とするシリコンウエーハを製造する方法では、他の面方位のシリコンウエーハと同じように、シリコン単結晶を引上軸方向に対し垂直にスライスし、鏡面研磨加工を施せば（ $110$ ）面を主面とするシリコンウエーハを得ることができる。この方法によれば、単結晶を引上げた後の加工工程では、面方位（ $100$ ）や（ $111$ ）のウエーハと同じように加工を行うことができるため、ウエーハ形状を整える時に要する研削ロスや、形を整えるための加工時間を最小限に抑えられ、無駄のない効率的なウエーハ加工を行うことができる。

但し、この方法は、結晶方位が $\langle 110 \rangle$ となるシリコン単結晶を育成するのに課題がある。

つまり熱衝撃により種結晶にもたらされるスリップ転位は、結晶方位が $\langle 100 \rangle$ や $\langle 111 \rangle$ の結晶であれば、結晶成長界面に対し $50 \sim 70^\circ$ 前後の角度で導入されるので、結晶径を $3 \sim 5 \text{ mm}$ 程度まで細く絞れば育成結晶からスリップ転位を抜く（除去する）ことができる。しかし、結晶方位が $\langle 110 \rangle$ の結晶では、スリップ転位が結晶成長界面に対し略垂直方向近くに入るため、スリップ転位を育成結晶から簡単に除去することは難しく、特開平 $9-165298$ 号公報等にも示されているように、絞り部径を $2 \text{ mm}$ 未満にまで極端に細くする方法や、

絞り部径を3～5mm程度に細く絞り、その後、径を太くする操作を繰り返し、絞り部に多段の凹凸を作ってスリップ転位を抜く等の特別な方法を用いて、シリコン単結晶を育成することが要求される。

- 特に、結晶方位が $\langle 100 \rangle$ や $\langle 111 \rangle$ のシリコン単結晶を育成する場合では、熱衝撃で種結晶先端に生じたスリップ転位がわずかであれば、先端の形状が尖ったまたは尖った先端を切り取った形状の種結晶を用いた効果により、所望径まで種結晶を浸漬する間にスリップ転位を消滅させてしまうこともできる。しかし、結晶方位が $\langle 110 \rangle$ の結晶では、上述したように種結晶の溶融面に対しスリップ転位が略垂直方向近くに入るため、わずかであっても種結晶に一度スリップ転位が入ると消滅させるのは極めて難しい。

従って、先端の尖ったまたは尖った先端を切り取った形状の種結晶により、ダッシュウネッキング法を用いずに結晶方位 $\langle 110 \rangle$ のシリコン単結晶を育成するには、結晶方位 $\langle 100 \rangle$ や $\langle 111 \rangle$ のシリコン単結晶を育成する場合よりも、更に最適な操業条件を形成する必要があった。

- また、結晶方位 $\langle 110 \rangle$ のシリコン単結晶の育成においても、高重量、大直径のシリコン単結晶を生産するには、スリップ転位を除去するためにダッシュウネッキング法を用い絞り部を形成し、更に転位除去を確実なものとするため絞り部の最少直径を2～3mm程度まで細くしていたのでは、とても直径200mm以上の大直径、100kg以上の高重量のシリコン単結晶を引上げることはできない。このような高重量、大直径のシリコン単結晶を支え引上げるためには、種結晶先端に形成される結晶径は、最小径部分でも5mm以上の直径を確保する必要がある。

#### 発明の開示

- 本発明の課題は、先端の尖ったまたは尖った先端を切り取った形状の種結晶を使用して、ダッシュウネッキング法を用いることなくCZ法によりシリコン単結晶を育成するにあたり、無転位で単結晶を引上げることができる成功率を高めると同時に、結晶方位が $\langle 110 \rangle$ のシリコン単結晶の育成であっても、種結晶先端に形成される結晶の最小径を5mm以上とし、単結晶定径部の直径が200mm

m、あるいはそれ以上の大直径のシリコン単結晶を育成することが可能なシリコン単結晶の製造方法とシリコン単結晶、並びに直径が200mm以上である面方位(110)の直径の大きなシリコンウェーハを提供するところにある。

上記の課題を解決するために、本発明のシリコン単結晶の製造方法は、ダッシュ  
5 ユーネッキング法を行わないチョクラルスキー法によるシリコン単結晶の製造方法において、先端部の角度が $28^{\circ}$ 以下である先端の尖ったまたは尖った先端を切り取った形状の種結晶を用い、前記種結晶の先端部をシリコン融液に接触させる前にシリコン融液の直上で止め加温し、その後、前記種結晶の先端部をシリコン融液に接触させ、所望径までシリコン融液に沈め、その後、引上げに転じて単  
10 結晶の引上げを行う場合に、少なくとも前記種結晶の先端部をシリコン融液に接触させ引上げに転じるまでの間は、シリコン融液表面の温度変動を $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 以下に保つことを特徴とする。

ダッシュユーネッキングを行っていないことから種結晶先端に形成される結晶径は、5mm以上の直径を確保する事が可能となり、直径200mm以上の大直径、  
15 100kg以上の高重量のシリコン単結晶を引上げることができる。

特に先端の尖ったまたは尖った先端を切り取った形状の種結晶を用いて、ダッシュユーネッキング(種結晶先端に形成される結晶径を、一旦、3~5mm程度まで細くしスリップ転位を除去する。)を行わずに無転位でシリコン単結晶を育成する場合には、種結晶として先端部の角度が $28^{\circ}$ 以下である先端の尖ったまたは  
20 尖った先端を切り取った形状の種結晶を用いて結晶成長を行うのが望ましい。種結晶先端部の角度が、 $28^{\circ}$ 以下である種結晶を用いることによって、無転位で単結晶を引上げる成功率を高めることができる。

先端部の角度が $28^{\circ}$ 以下であれば、シリコン融液に種結晶を接触させた際に生じる熱衝撃を緩和しやすくなり、また、わずかにスリップ転位が生じた場合でも、種結晶先端部の角度を $28^{\circ}$ 以下とすることによって、スリップ転位を種結  
25 晶の外に逃がしやすくなる。しかし、先端部の角度が $28^{\circ}$ を超えた場合には、種結晶の先端部位で熱容量が大きくなり、シリコン融液に先端部を接触した際に温度差ができて熱衝撃が生じ、これによってスリップ転位が結晶に導入されることになる。また、シリコン融液に浸漬した後の種結晶先端部の径もおのずと太く

なるため、導入されたスリップ転位も結晶の外へ逃げ難くなってしまう。

このような理由から、本発明の製造方法では、シリコン融液と種結晶を接触させた際の熱衝撃を抑えるため、種結晶先端部の角度が $28^{\circ}$ 以下である先端の尖ったあるいは尖った先端を切り取った形状の種結晶を用いる。

- 5     そして、上述の種結晶をシリコン融液に接融させる前には、シリコン融液の直上で、シリコン融液表面の温度と略同じ温度になるまで加温する必要がある。

- シリコン融液に種結晶を接触させる前に加温し、十分に種結晶先端部の温度をシリコン融液の温度に近づけることで、シリコン融液に浸漬する種結晶先端部とシリコン融液の温度差を無くし、熱衝撃の発生を押さえられる。この時、シリコン融液直上での種結晶の加温は、好ましくは、5～6.0分程度、最適には、20  
10     ～30分程度とするのが適切である。

- 5～60分の範囲で種結晶先端部を加温すれば、十分に種結晶先端部の温度をシリコン融液表面の温度に近づけられるし、加温を行うことで、シリコン単結晶の生産性も損なうことはない。より最適には、種結晶の加温は、シリコン融液と  
15     種結晶先端部の隙間を1～5mm程度の範囲に保ち、20～30分間の加温を加えシリコン融液への浸漬を行えば、種結晶をシリコン融液に接触した際の熱衝撃を可能な限り小さなものとするのが可能である。

- 更に、前記種結晶の先端部をシリコン融液に接触し所望の径となるまでシリコン融液に沈め引上げに転じるまでの間は、種結晶近傍のシリコン融液表面の温度  
20     変動を $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 以下に保ち浸漬を行う必要がある。

- シリコン融液は、その周囲に配置されたヒータにより加熱され融液として保持されていることから、シリコン融液は常に熱対流を生じ、絶えず温度が微妙に変化している。この熱対流による温度変化が大き過ぎると、シリコン融液の温度に  
25     合わせ種結晶を加温し着液させても、種結晶先端部に熱衝撃が走りスリップ転位が発生することになる。また、種結晶の先端部をシリコン融液中に沈み込ませるにあたって、先端部の沈み込みの途中で種結晶近傍のシリコン融液温度が大きく変化すると、種結晶と融液温度の温度差により種結晶に熱的な歪みが生じ、スリップ転位が種結晶に入り、それ以降、無転位で単結晶を成長させることが難しくなる。



このようなスリップ転位の導入を可能な限り抑えるためには、先端の尖ったまたは尖った先端を切り取った形状の種結晶の先端部を、シリコン融液に接触する時点から、所望径となるまで先端部をシリコン融液に沈め引上げに転じるまでの間の種結晶先端部近傍の融液表面温度の変動を、種結晶接触時の温度から $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 以下となるように保って単結晶引上げを行う必要がある。シリコン融液の温度変動が $\pm 5^{\circ}\text{C}$ を超えると、着液した際や浸漬時にスリップ転位が種結晶に入り易くなり、無転位でシリコン単結晶を引上げることができる成功率が低下してしまう。

特に、一度スリップ転位が導入されると転位消滅を図るのが難しい結晶方位 $\langle 110 \rangle$ のシリコン単結晶においては、種結晶を浸漬する部分のシリコン融液の温度変動が $\pm 5^{\circ}\text{C}$ を超えると、無転位でシリコン単結晶を育成できる可能性が極めて小さくなる。少なくとも、結晶方位 $\langle 110 \rangle$ のシリコン単結晶を、先端の尖ったまたは尖った先端を切り取った形状の種結晶を用いて、ダッシュューネッキングを行わずに引上げるには、種結晶先端部を浸漬する近傍のシリコン融液の温度変動を、種結晶を融液に接触した際の融液温度に対し $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 以下に保って、種結晶の所望径となるまでの浸漬を行う必要がある。

なお、より好ましくは、シリコン融液の温度変動を $\pm 3^{\circ}\text{C}$ 以下に抑えるのが好適である。種結晶の浸漬部付近の融液温度変動を更に小さくし、種結晶を接触した際の融液温度に対し $\pm 3^{\circ}\text{C}$ 以下に保って引上げを行えば、結晶方位 $\langle 110 \rangle$ の単結晶であっても、シリコン融液の温度変動によりもたらされるスリップ転位が発生することがほとんど無くなるので、ほぼ確実に無転位で所望径を有するシリコン単結晶の引上げることが可能となる。

また、前記種結晶の先端部をシリコン融液に接触させる際のシリコン融液の温度を、ダッシュューネッキング法を用いたシリコン単結晶の製造方法で種結晶をシリコン融液に接触するのに適温とされる温度よりも、 $10 \sim 20^{\circ}\text{C}$ 高いシリコン融液温度として種結晶をシリコン融液に接触させ沈み込みを行い、少なくとも前記種結晶の降下を止め引上げに転じた直後から、種結晶下方に形成される結晶径の拡大が始まる間の減径部の形成では、引上速度を $0.5 \text{ mm/min}$ 以下として、単結晶を引上げるのがよい。

ダッシュューネッキング法を用いたシリコン単結晶の製造方法で種結晶をシリコ

ン融液に接触するのに適温とされる温度よりも、シリコン融液の温度が低い場合または高いとしても差が10℃未満であると、種結晶をシリコン融液に浸漬した際に、浸漬部位がスムーズにシリコン融液に溶けず、結果、固化が生じる等、異常な結晶成長が起こる可能性がある。

- 5 他方、シリコン融液の温度が、ダッシューネッキング法を用いたシリコン単結晶の製造方法で種結晶をシリコン融液に接触するのに適温とされる温度よりも20℃を越えて高くなり過ぎると、今度は種結晶をシリコン融液に接触させる前に先端部が溶け、種結晶をうまくシリコン融液に接触させることができなくなる可能性がある。

- 10 以上のことを考慮すれば、種結晶を浸漬させる際のシリコン融液の温度は、ダッシューネッキング法を用いたシリコン単結晶の製造方法で種結晶をシリコン融液に接触するのに適温とされる温度よりも、10～20℃高い温度範囲に保って、種結晶をシリコン融液に接触し沈み込ませるべきである。

- そして、所望径までの種結晶先端部のシリコン融液への沈み込みを終え、種結晶の降下を止めて引上げに転じた直後から、種結晶下方に形成される結晶径の拡大が始まるまでの間の減径部の形成では、引上速度を0.5mm/min以下に保ってシリコン単結晶の育成を行うのが望ましい。
- 15

- 所望径までの種結晶先端部の沈み込みを終了し、引上げに転じた直後は、種結晶下方に形成される結晶は、一旦、結晶径が種結晶沈み込み終了時点の径よりも幾分細くなり結晶成長が行われる（減径部の形成）。この時、必要以上に早い速度で引上げを行うと、種結晶下方に成長する結晶径が所望径よりも細くなり過ぎたり、場合によっては結晶がシリコン融液から離れてしまう等の不具合が生じる。
- 20

- このような問題を抑えるには、種結晶の沈み込みを止め引上げに転じた後、種結晶下方に形成される結晶径の拡大が始まる間の減径部の形成においては、引上速度を0.5mm/min以下に保って結晶成長を行うのが適切である。
- 25

また、上述の種結晶の着液浸漬条件を形成し易くする為には、少なくとも前記種結晶の先端部をシリコン融液に接触する時点から、種結晶下方に形成される減径部の形成が終了し結晶径の拡大が始まるまでの間は、シリコン融液に中心磁場強度が1000G以上となる水平磁場を印加し、シリコン単結晶の育成を図ると

よい。

本発明では、種結晶先端部を浸漬する近傍のシリコン融液の温度変動を、種結晶を融液に接触した際の融液温度に対し $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 以下に保って育成することが重要である。このようなルツボに收容されたシリコン融液の温度変動を抑制するには、ルツボ外周に配置されたヒータからの加熱により生じるシリコン融液の熱対流を可能な限り小さく抑える必要がある。この熱対流を効率的に抑制するには、シリコン融液に磁場を印加しながら単結晶の育成を図る磁場印加CZ法（以下、MCZ法と称する。）を用いるのが適している。なかでも、種結晶を接触し浸漬する際の種結晶近傍のシリコン融液温度を安定させるためには、ルツボ内のシリコン融液の温度勾配を小さくする効果が大きい水平磁場をシリコン融液に印加して、種結晶の接触から浸漬までを行うのが望ましい。このようなシリコン単結晶の育成方法としては、水平磁場印加CZ法（以下、HMCZ法と称する。）がある。

このHMCZ法を用いて、シリコン融液に磁場強度が $1000\text{G}$ （ガウス）以上の磁場を印加しながら、種結晶の先端部をシリコン融液に接触して所望径まで融液中に浸漬を行えば、その間は浸漬部位付近のシリコン融液の温度変動を $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 以下に抑えることが容易となる。但し、このような制御方法に限らず、磁場強度が $1000\text{G}$ より小さい場合、または磁場を印加しない場合でも、その他の制御手段、例えばシリコン融液の表面をランプ加熱により加熱しシリコン融液の上下方向の温度勾配を緩やかにすることで熱対流が抑制できるし、シリコン融液量を少なく設定し、融液深さを浅くすることによりシリコン融液の熱対流の抑制が可能であり、また、磁場印加と併用するなどし、種結晶を浸漬する部分のシリコン融液の温度変動を $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 以下に抑えて育成すれば同様な効果は得られる。

シリコン融液に磁場を印加して、適切にシリコン融液の温度変動を抑制しようとするのであれば、中心の磁場強度が $1000\text{G}$ 以上となる水平磁場をシリコン融液に印加して、先端の尖ったあるいは尖った先端を切り取った形状の種結晶を接触し浸漬を図るのが好適である。

なお、シリコン融液に印加する磁場の最大強度は、装置構成や実用的な範囲での磁場印加を考えれば、HMCZ法であれば現状では最大でも中心の磁場強度が $9000\sim 10000\text{G}$ 程度が上限である。

このHMCZ法を用いて、シリコン融液に1000G以上の水平磁場を印加してシリコン単結晶を引上げる方法では、特に結晶直径が200mmを超えるような大型のシリコン単結晶を育成する場合にも効果的に作用する。結晶直径の大きな単結晶を育成する場合、生産性や歩留りに配慮して、シリコン融液を保持する  
5 ルツボに大型のものを使用し、100kgを超える多量の原料を一度にルツボに入れ単結晶育成を行うのが一般的である。

ルツボに保持する原料、即ちシリコン融液の量が増えると、ヒータに近いシリコン融液の外縁部と融液中心付近での温度差が大きくなり、熱対流が活発となって種結晶浸漬部分近傍の融液温度を安定させることが難しくなる。この時、シリ  
10 コン融液に1000G以上の所望磁場を印加すれば、ルツボ内の熱対流が抑えられ、種結晶の浸漬部分付近での融液温度の安定を図ることができる。

なお、シリコン融液に印加する水平磁場の強度は、シリコン融液の温度安定に加え、育成する単結晶の直径や品質条件にあわせ適宜選択すればよい。

このようなシリコン単結晶の製造方法を用いることにより、先端の尖ったあるいは尖った先端を切り取った形状の種結晶をシリコン融液に接触し浸漬する際の  
15 融液温度が安定し、熱衝撃によるスリップ転位の発生を可能な限り減らす、あるいはまったく発生させることなく種結晶を所望径まで浸漬させることができるようになる。

これによって、無転位で所望定径部径を有するシリコン単結晶を引上げることが  
20 できる成功率を高められると同時に、これまではダッシューネッキング法による制約のため、CZ法を用いたシリコン単結晶の育成では困難と思われてきた、結晶方位が $\langle 110 \rangle$ である前記種結晶を用い、結晶方位 $\langle 110 \rangle$ のシリコン単結晶を引上げることが可能となり、またチョクラルスキー法を用いて育成したシリコン単結晶であって、シリコン単結晶の結晶方位が $\langle 110 \rangle$ であり、かつ  
25 直径が200mm以上の単結晶定径部を有するシリコン単結晶、あるいはこのようなシリコン単結晶であって、シリコン融液から引上げる結晶の総重量が100kg以上、さらには300kgを超えるシリコン単結晶であっても引上げが可能となる。

そして、上述の製造方法によって育成された結晶方位 $\langle 110 \rangle$ のシリコン単

結晶を、結晶方位が $\langle 100 \rangle$ や $\langle 111 \rangle$ の結晶と同じ製造工程によって、円筒研削を行いスライスし鏡面研磨加工を施せば、半導体素子を作る際の主材料となるウエーハ主面の面方位が $(110)$ のシリコンウエーハを、工業的に効率良く生産することができるようになる。

- 5 特に、従来の方法では育成が困難と考えられていた、定径部直径が200 mmを超える結晶方位 $\langle 110 \rangle$ のシリコン単結晶が得られるようになったことで、ウエーハの主直径が200 mm以上であり、かつウエーハ主面の面方位が $(110)$ であるシリコンウエーハを容易に生産することが可能となる。なお、ここでシリコンウエーハの主直径とは、オリエンテーションフラットあるいはオリエン
- 10 テーションノッチを含まないウエーハ主面の直径を指す。

この面方位 $(110)$ で直径が200 mm以上あるシリコンウエーハを用いれば、高い機能を有する半導体素子を、歩留りよく大量に生産することができるようになる。

- 15 結晶軸方位が $\langle 110 \rangle$ のシリコン単結晶の育成は、種結晶をシリコン融液に着液した際の熱衝撃によりもたらされるスリップ転位が、結晶成長界面に対し略垂直に入るため、ダッシュューネッキング法を用いた方法ではスリップ転位を消滅させることが難しく、大量に生産するのは困難であった。また、ダッシュューネッキング法を用いた結晶方位が $\langle 110 \rangle$ のシリコン単結晶の育成では、スリップ
- 20 転位を消滅させるため、絞り部の径を2 mm以下まで細くする必要があり、結晶直径の大きな200 mmあるいは300 mm以上の大直径高重量の結晶を、効率良く生産することは難しいと考えられていた。

- しかし、本発明の製造方法を用いることによって、結晶直径が200 mmを超える大直径の結晶方位 $\langle 110 \rangle$ のシリコン単結晶、あるいは定径部径を可能な限り長く引上げた重量が100 kg以上の結晶方位 $\langle 110 \rangle$ のシリコン単結晶
- 25 であっても、安全に効率良く生産することが可能となる。

そして、同時に結晶方位 $\langle 110 \rangle$ 以外のダッシュューネッキング法によらずシリコン単結晶を育成する無転位種付け法を採用したシリコン単結晶の育成においては、無転位で単結晶を引上げる成功率を高める効果を得ることができる。

### 図面の簡単な説明

図 1 は、本発明によるシリコン単結晶の製造方法を実施するための、磁場印加装置を設けた Cz 法単結晶製造装置の概略図である。

図 2 は、ダッシュウネッキング法で使用する種結晶と、本発明の製造方法で使用する先端の尖ったあるいは尖った先端部を切り落とした形状の種結晶を示す図面である。

図 3 は、本発明の製造方法を用いて育成した、結晶方位  $\langle 110 \rangle$  で直径が約 200 mm のシリコン単結晶の一部を示す写真である。

図 4 は、ダッシュウネッキング法によるスリップ転位の除去を説明するための図面である。

### 発明を実施するための最良の形態

以下に、本発明の実施の形態を、添付図面を参照しながら説明する。図 2 の (C) (D) (E) (F) に示す図面は、本発明によるシリコン単結晶の育成に用いる先端の尖ったあるいは尖った先端を切り取った形状の種結晶を示す概略図である。

図 2 の (C) (D) は、(C) が円柱状の直胴部 3 c を持った円錐状の先端部 4 c を有する種結晶 1 c を示したものであり、(D) は角柱状の直胴部 3 d を持った角錐状の先端部 4 d を有する種結晶 1 d を示したものである。

また、図 2 (E) 及び (F) は、図 2 (C) の種結晶の先端部 4 c を切り取った形状の種結晶先端部を示したもので、(E) は種結晶 1 c の先端部 4 c を水平に切り取った先端部 4 e を示し、(F) は先端部 4 c を斜めに切り取った先端部 4 f を図示している。先端部を切り取った形状の種結晶では、図 2 (E) (F) に示す先端部 4 e、4 f の最下端の面積が大き過ぎると、種結晶を融液に接触した際に熱衝撃を生じ易くなるので、種結晶が最初にシリコン融液に接触する際の面積が 5 mm<sup>2</sup> 以下となるようにするのが好ましい。

なお、本発明でいう種結晶先端部の角度とは、図 2 (E) や (F) に示す先端部 4 c を切り取った形状の種結晶である場合は、先端部 4 c を切り取る前の先端部形状を想定した時の種結晶先端部の頂角を指す。

そして、これらの種結晶は、単結晶育成時には種結晶直胴部 3 c 及び 3 d に設

けられた係止部 2 c、2 d を介して、直胴部 3 c、3 d が図 1 に示す単結晶製造装置 10 の種ホルダー 28 内に係止され単結晶の製造に用いられる。

本発明のシリコン単結晶の製造方法では、図 2 の (C) (D) (E) 及び (F) に示すように、種結晶をシリコン融液に着液した際に、熱衝撃で種結晶にスリッ  
5 プ転位が入らないよう、例え入ったとしてもわずかであるように種結晶先端部 4 c ~ 4 f が尖ったあるいは尖った先端を切り取った形状をしており、ダッシュ  
ネッキング法を用いた製造方法で使う種結晶とは、明らかに違った形をしている。

ダッシュネッキング法を用いたシリコン単結晶の育成で利用する種結晶の例示として、図 2 (A) に略円柱状の種結晶、(B) に角柱状の種結晶を示す。

10 また、シリコン単結晶の育成においては、育成するシリコン単結晶の結晶方位を所望のものとするために、育成する単結晶と同じ結晶方位を持った種結晶を使用し単結晶の育成を図る。例えば、結晶方位  $\langle 110 \rangle$  の単結晶を育成するのであれば、引上軸方向の結晶方位が  $\langle 110 \rangle$  の種結晶を用いればよい。

そして、先端の尖ったあるいは尖った先端を切り取った形状の種結晶をシリ  
15 コン融液に浸漬する際には、図 2 に示す種結晶 1 c 又は 1 d をシリコン融液 M と略同じ温度まで融液直上で加温し、種結晶の温度が安定したところで静かに先端部 4 c、4 d あるいは 4 e、4 f をシリコン融液 M に沈め、先端部が所望径まで没したところで引上げに転じることによって、任意の減径部 S0 を持った図 1 に示すシリコン単結晶 S が育成される。

20 図 1 は、本発明の方法によりシリコン単結晶を育成するための製造装置を示す、概略図である。単結晶製造装置 10 は、シリコン融液 M を保持し単結晶育成が行なわれる育成炉 12 と、シリコン融液 M から引上げられたシリコン単結晶 S を收容し取出すための上部育成炉 14 から成る。

上部育成炉 14 の上方には、単結晶を育成する際に結晶を回転し引上げるための  
25 の巻取り回転機構 26 が設けられ、この巻取り回転機構 26 から巻き出されたワイヤー 24 の先端には、種結晶 27 (図 2 に例示した種結晶 1 c または 1 d) を係止するための種ホルダー 28 がある。単結晶育成時には、種結晶 27 の直胴部を種ホルダー 28 に係止し、巻取り回転機構 26 からワイヤー 24 を巻き出し、種結晶先端部を所望位置までシリコン融液 M に浸漬し、種結晶 27 を回転させな

がら所定の速度で引上げることによって、種結晶 27 下方にシリコン単結晶 S の育成を図るものである。

一方、育成炉 12 の内部にはシリコン融液 M を保持するためのルツボ 18 が備えられ、高温のシリコン融液 M を保持することから、ルツボ 18 の内側は石英製ルツボ 18 a で、その外側は石英製ルツボ 18 a を保護するために黒鉛製ルツボ 18 b で構成されている。このルツボ 18 は、ルツボ支持軸 16 によって育成炉 12 の略中央に配置され、ルツボ支持軸 16 の下方には、単結晶を育成する際に融液面を一定に保つことや、CZ 法あるいは MCZ 法ではルツボ 18 を回転させながら結晶育成を行うため、ルツボ駆動機構 20 が取付けられている。

更に、ルツボ 18 の外側には原料である多結晶シリコンを融解し、シリコン融液 M として保持するため黒鉛製のヒータ 23 が置かれ、ヒータ 23 の発熱量を調整することによって、シリコン融液 M の温度を結晶育成に適した温度に保ち操業が行われる。

ヒータ 23 の外側と育成炉 12 の底部には、断熱材 22 及び底部断熱材 21 を備え、育成炉 12 内部を保温すると同時に、ヒータ 23 からの輻射熱が直接育成炉 12 炉壁にあたるのを防いでいる。

そして、図 1 の単結晶製造装置 10 には、シリコン融液 M の対流を制御しより温度の安定を図ることを目的とし、育成炉 12 の外側には、水平磁場をシリコン融液 M に印加するための装置である電磁石 33 が装備されている。

この単結晶製造装置 10 では、融液温度の変動を効率的に抑制するため、水平磁場の中心をシリコン融液 M 内に配置し、種結晶 27 浸漬時には所望の磁場強度である中心磁場強度が 1000 G 以上となる水平磁場がシリコン融液 M 内で得られるようにしている。

また、単結晶育成開始から炉内が常温に戻るまでは、シリコン融液 M や単結晶製造装置 10 内に配置された構造物が酸化するのを防ぐ等の目的で、アルゴン (Ar) 等の不活性ガスを炉内に流し操業を行う必要がある。この為、上部育成炉 14 には製造装置 10 内に流す不活性ガス流量を制御するためのガス流量制御装置 30 と、育成炉 12 の底部に内部の圧力を調整するための圧力制御装置 32 が取付けられている。操業時は、単結晶の育成条件に合わせ、これらの装置により単



結晶製造装置 10 内に流れる不活性ガスの流量や圧力の調整を図る。

次に、本発明の方法によるシリコン単結晶の育成方法を詳述する。

まず、原料である多結晶シリコンをルツボ 18 に仕込み、ヒータ 23 を発熱させ多結晶シリコンを熔融する。多結晶シリコンが全て溶解融液となったところで、  
5 シリコン融液 M を単結晶育成に適した温度まで降温する。この時、ドーパ剤の投入、シリコン融液 M 面の位置調整等、種結晶 27 を融液に接触し浸漬するために必要な条件を整えつつ、電磁石 33 により中心磁場強度が 1000 G 以上となる水平磁場がシリコン融液 M に加わるよう磁場印加を開始する。なお、この磁場は  
10 7 下部に形成される減径部 S0 の形成が終了し結晶径の拡大が始まるまでの間は、印加される。

シリコン融液 M の温度が所定温度（好ましくは、ダッシューネッキング法を用いたシリコン単結晶の製造方法で種結晶をシリコン融液に接触するのに適温とされる温度よりも、10～20℃高い温度）に達したら、安定するのを待って、先端部の頂角が 28° 以下である種結晶 27 をシリコン融液 M 直上まで降ろし、種  
15 結晶 27 先端部の温度がシリコン融液 M の温度と略同じ程度まで加温されるのを待つ。

その後、種結晶 27 がシリコン融液 M の温度と略同じ程度まで加温され、更に種結晶 S を浸漬するルツボ 18 中心付近のシリコン融液 M 表面の温度が、±5℃  
20 以下の変動で推移するまでに温度安定が図られたら、静かに種結晶 27 をシリコン融液 M に接触させ浸漬する。少なくとも、この種結晶 27 の先端部をシリコン融液 M に接触させ引上げに転じるまでの間は、スリップ転位の導入を抑制するために、種結晶 S が浸漬する部分のシリコン融液 M 表面の温度変動を±5℃以下、好ましくは±3℃以下に保つのがよい。

25 そして、先端部が所定径までシリコン融液 M に沈んだところで種結晶 27 の降下速度を落とし止め、種結晶 27 の上昇速度とシリコン融液の温度を調整しながら引上げに移る。

なお、種結晶 27 を引上げに転じるにあたり、引上速度が速過ぎたり融液温度が適切でないと種結晶 27 の先端が融液から離れたり、先端に形成される結晶径

が所望径より細くなってしまうことがある。種結晶 27 を引上げに転じる際は、種結晶先端に形成される結晶径を見ながら、育成される結晶径が所望径以下にならないよう引上速度を調整しながら静かに引上げる。

特に、種結晶 27 を引上げに転じた直後は、種結晶先端部の沈み込み後の先端  
5 径よりも、種結晶 27 下端に成長する結晶径が細くなる傾向を示しながら結晶が形成されていく。この時、無理に結晶径を拡大しようとする、種結晶 27 にスリップ転位が導入されたり育成結晶が融液から離れてしまう等の不具合が起こるので、浸漬から引上げに転じた直後は、種結晶 27 先端に形成される結晶が、浸漬した種結晶 27 先端部の沈み込み径よりも少し減径するよう、引上速度を調整  
10 して引上げを行う必要がある（減径部 S 0 の形成）。望ましくは、この時の引上速度は 0.5 mm/min 以下に保って引上げるとよい。

また、種結晶 27 の先端部の沈み込み径は、引上げに転じた際に先端に形成される結晶が、一旦細るのを考慮に入れ浸漬を行う必要がある。

種結晶 27 の下端に先端部の沈み込み径より細い結晶が形成されたのを確認し  
15 たら、引上速度および／または融液温度を徐々に変化させ、結晶径を拡大する拡径工程に移行する（拡径部 S 1 の形成）。

拡径工程により種結晶 27 下方に形成される単結晶 S の径を所望径まで拡大し、所定直径に達したところで拡径部 S 1 の形成をやめ、再度、引上速度および／または融液温度を調整して単結晶定径部 S 2 の形成に移行する。定径部 S 2 の形成  
20 では、育成される結晶の品質や炉内環境に合わせ操業条件を調整しながら、定径部 S 2 の長さを所定長まで引上げる（定径部 S 2 の形成）。

そして、所定長の定径部 S 2 の形成が完了した時点で育成条件（引上速度、融液温度、等）を変更し、結晶径を徐々に小さくしていき尾部 S 3 を形作る（尾部 S 3 の形成）。

25 尾部形成が完了したら育成結晶をシリコン融液 M から切離し、上部育成炉 14 まで巻き上げ、常温に結晶温度が下がるのを待って単結晶製造装置 10 から外部へとシリコン単結晶 S を取出し育成を終了する。

そして、上述の方法によって育成された単結晶に切断／円筒研削加工を施し、その後、公知の方法によって鏡面ウエーハに加工すれば、半導体素子を作るため

の主材料であるシリコンウエーハを得ることができる。

以下に、実施例を示し本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

5

(実験 1)

始めに、製造の難しい結晶方位  $\langle 110 \rangle$  のシリコン単結晶を育成するために、どのような操業条件が望ましいか検討するため、図 1 に示すシリコン単結晶の製造装置を用い、シリコン融液には磁場を印加することなく、ダッシューネツ  
10 キング法を用いた引上方法を採用して、結晶定径部の直径が約 150 mm (6 インチ) のシリコン単結晶を製造した。

種結晶には、ダッシューネツキング法を用いて転位除去を図りシリコン単結晶を育成することから、シリコン融液と接触する面が平らな、一辺 15 mm の角柱状の結晶方位が  $\langle 110 \rangle$  である種結晶 (図 2 (b) に示す形状の種結晶) を用  
15 いた。

まず、シリコン単結晶の製造装置に口径が 450 mm の石英製ルツボを入れ、そのルツボに原料である多結晶シリコンを 60 kg 充填し、製造装置の内部をアルゴン (Ar) ガスで置換した後に黒鉛製ヒータを発熱させ、多結晶シリコンをシリコン融液とした。

20 全ての原料が溶け終えたのを確認した上で、育成単結晶の抵抗率が p 型で 10  $\Omega \cdot \text{cm}$  前後の抵抗率となるようにドーパ剤を調整投入し、その後、シリコン融液を単結晶の育成に適した温度に降温調整しながら、融液の温度が安定するのを待った。その間、製造装置に流す不活性ガス (Ar ガス) の量と内部の圧力、並びにルツボ回転等の操業条件を、単結晶を育成するための製造条件に整えながら融  
25 液温度の安定を待った。

融液温度の安定については、単結晶製造装置の外から、製造装置の内部を目視するために設けられたガラス窓を通し、放射温度計 (CHINO 製 IR-02C) により、種結晶を浸漬するルツボ中心の融液表面の温度を測定することによって確かめた。単結晶育成に適した温度になったと思われるところで、温度を測

定した。

結果は、表 1 の「融液温度変動幅」に示す通りであり、温度が安定したと思われる時点で、ルツボ中心の融液表面温度を繰り返し計測したが、計測点での温度変動は±6℃の範囲で上下動を繰り返すばかりであり、それ以上温度変動が小さくなることはなかった。

この時点で温度計測を止め、種結晶を 5 分程シリコン融液直上で加温した後に静かにシリコン融液に接触し、ダッシュネッキング法を用いてスリップ転位の除去を試みた。

しかし、ダッシュネッキング法では結晶方位〈110〉の種結晶のスリップ転位を消滅させることは難しく、5 回程転位除去に失敗した後に、6 回目のダッシュネッキングで結晶絞り部の最少直径を 2 mm まで細くしたところでスリップ転位が消え、絞り部での無転位化に成功した。

但し、ダッシュネッキング法により絞り部での転位消滅には成功したものの、シリコン融液の温度変動が大きかったためか、結晶定径部を 60 cm まで育成したところでスリップ転位が単結晶に入り、結局、無転位の状態で結晶を引上げることはできなかった。(表 1 の「引上げ成功の有無」欄を参照。○印は、無転位でシリコン単結晶を引上げられた場合であり、×印は、無転位で単結晶を育成できなかった場合を示す。)

なお、実験 1 と後述する実験 2 及び実施例 1 の引上げ結果に付いては、比較のため詳細を表 1 にまとめた。

(表 1)

(結晶方位〈110〉シリコン単結晶の育成結果)

	印加磁場強度 (水平磁場)	育成結晶径	種絞り方法	種付け 失敗数	融液温度 変動幅	結晶引上げ 成功の有無
実験 1	無印加	15 cm	ダッシュ ネッキング法	6 回	±6℃	×
実験 2	無印加	20 cm	無転位 種付け法	9 回	±8℃	×
実施例 1	4000 G	20 cm	無転位 種付け法	0 回	±1.5℃	○

## (実験 2)

実験 1 により、ダッシュューネッキング法によるスリップ転位の除去は、結晶方位が  $\langle 110 \rangle$  の単結晶では成功率が低く、加えて、無転位化を図るには絞り部分の最少径を 2 mm 程度まで細くする必要があり、重量のある大直径結晶を引上げる方法としては限界があることが判った。

そこで、ダッシュューネッキング法を用いずに先端が尖った種結晶を用いて、無転位でシリコン単結晶を育成する方法（以下、無転位種付け法と称する。）により、結晶径の大きな単結晶を育成することが可能であるか、実際に定径部直径が約 200 mm（8 インチ）の単結晶を引上げて確認を行った。

10 単結晶育成に用いた装置は、実験 1 と同様の装置を用いて、シリコン融液への磁場印加は行わずに製造を実施した。但し、実験 2 では、結晶直径が約 200 mm の結晶方位  $\langle 110 \rangle$  のシリコン単結晶を育成することから、製造装置に入れる石英製ルツボは口径が 600 mm のものとし、原料である多結晶シリコンを 150 kg 仕込んで、実験 1 と同じように加熱を行ってシリコン融液とした。

15 そして、シリコン融液が単結晶育成に適した温度に安定するまでの間に、融液に結晶抵抗率が p 型  $10 \Omega \cdot \text{cm}$  前後の値となるようにドーパ剤を投入した上で、Ar ガス量、製造装置内の圧力等の操業条件を整え温度の安定を待った。

なお、実験 2 で使用した種結晶には、ダッシュューネッキングを行わずに熱衝撃によるスリップ転位の導入を排除して引上げを行う必要があることから、図 2

20 (C) に示す形状の種結晶で、種結晶胴部の直径が 15 mm の円柱状で、先端部の頂角が  $15^\circ$  の尖った円錐形状のものを使用した。

そして、シリコン融液の温度が、実験 1 で種結晶をシリコン融液に接触させた際の温度よりも  $13^\circ\text{C}$  高い温度に安定した時点で、実験 1 と同じように放射温度計を用い、育成装置の外からルツボ中心のシリコン融液表面温度を測定したところ、表 1 に示したように  $\pm 8^\circ\text{C}$  程度の変動幅で上下を繰り返していた。しかし、それ以上温度変動幅を小さくし、融液温度が安定するように調整することはできなかった。

この状態で、種結晶を静かにシリコン融液面の直上 1 mm の所まで降ろし、約 20 分程、種結晶の温度が略融液温度と同じになるまで加温した後に、種結晶を

シリコン融液に接触させ融液に所望径まで沈め、その後、引上速度を0.5 mm/min以下に保ちつつ徐々に引上げることによって種結晶下方にシリコン単結晶の形成を試みた。

- 5 しかし、ほとんどの場合、種結晶先端部を所望径まで融液中に浸漬している間に、熱衝撃によると思われるスリップ転位が種結晶に入り、種結晶を交換しながら9回まで同様の無転位種付け法による結晶育成を試みたが、9回とも無転位で単結晶を引上げることはできなかった。

- 10 この理由として、ルツボが大きくなり収容するシリコン融液の量が増えたため、ルツボ内のシリコン融液の温度差が拡大し、全体的に融液温度が不安定となり、浸漬途中の種結晶へスリップ転位がもたらされたものと考えられる。

実験2の結果から、先端部の尖った種結晶を用いて、ダッシュネッキングを行わずに熱衝撃によるスリップ転位の導入を無くしシリコン単結晶の育成を行うには、更に種結晶浸漬時のシリコン融液の温度変動を小さく抑える必要があることが判明した。

15

#### (実験3～5)

- 種結晶浸漬時のシリコン融液の温度変動の種結晶へのスリップ転位の影響について確認した。この温度の制御方法は、実験例の表2に示したような一定の育成条件を設定し、実験3では磁場強度を500 G、実験4では磁場強度を750 G、  
20 更に実験5ではシリコン融液の深さ方向の温度差を少なくして熱膨張による自然対流を抑制し、温度変動を低減させる目的でランプ加熱により赤外線シリコン融液表面に照射した。種結晶へのスリップ転位の有無は種結晶を所定の長さまで浸漬した後に減径部を形成した後に直径200 mmまで拡張し、単結晶の状態を表す晶癖線の確認により無転位の判断を行なった。これは、転位が種結晶に残っていた場合には単結晶である表面に現れる特徴的な晶癖線が消えてしまうので容  
25 易に単結晶化が判断できる一般的な方法である。なお、用いた種結晶は前記、図2(C)に示す形状の種結晶で、種結晶直胴部の直径が15 mmの円柱状で、先端部の頂角が15°の尖った円錐形状のものを使用した。

(表 2)

(結晶方位〈110〉シリコン種単結晶の有転位化の結果)

	印加磁場強度 (水平磁場)	石英ルツボ口径	シリコン メルト量	融液温度 変動幅	有転位化の 状況
実験 3	500 G	600 mm	150 kg	±10℃	有転位
実験 4	750 G	600 mm	150 kg	±5.6℃	有転位
実験 5	0 G	600 mm	150 kg	±4.3℃	無転位

5 表 2 の実験 4 及び実験 5 から融液温度変動幅が 5℃を超えた条件では拡径部に  
て結晶表面の晶癖線が消えてしまい有転位化することが判った。また、実験 5 よ  
り融液温度変動幅が 5℃以下であれば、有転位化せず単結晶で育成することが可  
能であることが確認できた。

10 なお、実験 2 のような育成条件で磁場を印加してシリコン融液の温度変動を制  
御する場合、1000 G 以上の磁場を印加すれば、容易に±5℃以内に制御でき  
た。育成条件等により最適な磁場強度等は若干異なるが、このようなレベルの磁  
場を印加することが有効であることがわかる。なお、本発明ではシリコン融液の  
温度変動を制御すること、特に±5℃以内に制御することが重要であり、このよ  
うな条件で制御できれば、磁場を印加する方法以外でも有効であった。

### 15 (実施例 1)

そこで、実験 2 と同じ結晶直径が約 200 mm で結晶方位〈110〉のシリ  
コン単結晶を育成するにあたり、シリコン融液に水平磁場を印加しつつ種結晶の融  
液への接触と浸漬を行うシリコン単結晶の育成を試みた。

20 まず、実験 2 で使用した装置と同じ装置を用い、口径が 600 mm の石英製ル  
ツボを装置に入れ 150 kg の多結晶シリコンを充填し、黒鉛製のヒータを発熱  
させ原料を加熱しシリコン融液とした。

25 多結晶シリコンが全て溶け終ったところで、単結晶育成に適した所望温度に降  
温を行い、融液に結晶抵抗率が p 型 10 Ω cm となるようにドーパ剤を入れ、融  
液温度が安定するのを待った。この間に、シリコン単結晶の製造装置の外側に配  
置された磁場印加装置（電磁石）を動作させ、磁場中心の強度が 4000 G とな

る水平磁場をシリコン融液に印加した。

なお、実施例 1 では、溶融が完了し融液温度の安定を図る時点から、シリコン単結晶育成が終了し、結晶尾部が融液から離れるところまで磁場印加を継続した。

5     シリコン融液に磁場印加後、融液温度が実験 2 の融液温度と略同様の温度に安定したと思われるところで、ルツボ中心付近の融液表面温度を実験 2 と同様に放射温度計で計測したところ、 $\pm 1.5^{\circ}\text{C}$  の範囲に温度変動が落ち着いており、種結晶を融液に着液するのに良好な状態に保たれていることを確認した。

10    製造装置の種ホルダーには、種結晶の直胴部径が 15 mm、先端部の頂角が  $15^{\circ}$  の円錐状に尖らせた実験 2 と同形状である結晶方位が  $\langle 110 \rangle$  の種結晶を装着した。

15    融液温度の安定を確認した後、静かに種結晶をシリコン融液直上 1 mm まで降ろし、20 分前後、種結晶が加温されるのを待った。そして、種結晶温度がシリコン融液の温度と同程度まで加温されたところで、徐々に種結晶先端を融液中に降ろし、種結晶先端の円錐部（先端部）が所望径となるまでシリコン融液に沈めた。

20    種結晶を所望径まで沈めたところで種結晶の下降を止め、静かに引上げに転じた。なお、この種結晶をシリコン融液に接触させてから、引上げに転じるまでの間のシリコン融液表面の温度変動を、放射温度計で計測したところ、 $\pm 1.5^{\circ}\text{C}$  の範囲に温度変動が保たれていることを確認した。そして、種結晶の引上速度を  $0.5\text{ mm/min}$  以下に保ちつつシリコン融液の温度を調整しながら種結晶下方に減径部を形成し、その後、結晶径を所定径まで広げ、定径部直径が約 200 mm となるシリコン単結晶を育成した。

25    単結晶定径部長さが所定長となるまで定径部を育成した後、結晶径を徐々に細くしていき尾部を形成し、シリコン融液から育成した結晶を切り離すことでシリコン単結晶の育成を終了した。

育成したシリコン単結晶を静かに冷却し、製造装置外へと取り出して重さを測定したところ、図 3 に示す直径 208 mm、重量 120 kg の大直径高重量単結晶が得られていた。そして、育成の途中でスリップ転位が入ったことにより始めから結晶育成をやり直すような失敗もなく、無転位で目的とする結晶方位  $\langle 11$



0 > の大直径高重量結晶を問題なく育成することができた。また、引上げ後の測定の結果、図 3 に示す種結晶の下端に形成された減径部の最少直径は 5 mm 以上あり、ダッシューネッキング法によらなくとも単結晶が育成可能であることが確かめられた。

- 5      これにより、本発明の製造方法を用いることによって、大直径高重量の単結晶を育成するのは不可能であると思われてきた、結晶方位 < 1 1 0 > のシリコン単結晶であっても、MCZ 法を含む CZ 法で、最適に製造することが可能であることが判った。

- 10      また、本発明の方法によれば、先端の尖ったあるいは尖った先端を切り取った形状の種結晶を使用し、ダッシューネッキング法によらずシリコン単結晶を育成する無転位種付け法を採用する場合に、その成功率を高めることができることも判った。

- 15      なお、本発明の製造方法は、上記の実施形態に限定されるものではない。上記の実施形態は例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術思想と実質的に同一な構成を有し、同様の作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

- 20      例えば、本発明の実施形態では、直径が 200 mm (8 インチ) のシリコン単結晶の結晶育成を例に挙げて説明したが、それ以下の直径のシリコン単結晶を育成する場合も十分にその効果を得られるものであるし、ダッシューネッキング法による種結晶の絞込みを行う必要がないため、高重量化に対しても有効で、例えば本発明では種結晶先端に形成される結晶径が最小径部分でも 5 mm 以上の直径を確保することができるため、近年、利用が拡大している 300 mm (12 インチ) あるいはそれ以上の大直径シリコン単結晶、特に結晶重量が 300 kg を超える高重量のシリコン単結晶の製造にも、適用することができる。

- 25      また、本実施形態では、結晶方位については最も引上げが困難な < 1 1 0 > を例に説明したが、他の結晶方位の引上げにも当然適用することができる。結晶方位が < 1 0 0 > や < 1 1 1 > の結晶の引上げは、< 1 1 0 > 結晶の引上げほど困難性はないが、それでも本発明方法により種付けの失敗頻度は減少し有効である。

単結晶の結晶方位が $\langle 110 \rangle$ であり、かつ直径が200 mm以上の単結晶定径部を有することを特徴とするシリコン単結晶。

6. シリコン融液から引上げた前記単結晶の総重量が、100 kg以上であることを特徴とする請求項5に記載のシリコン単結晶。

7. シリコンウエーハであって、ウエーハの主直径が200 mm以上であり、かつウエーハ主面の面方位が $(110)$ であることを特徴とするシリコンウエーハ。

1 / 3

1

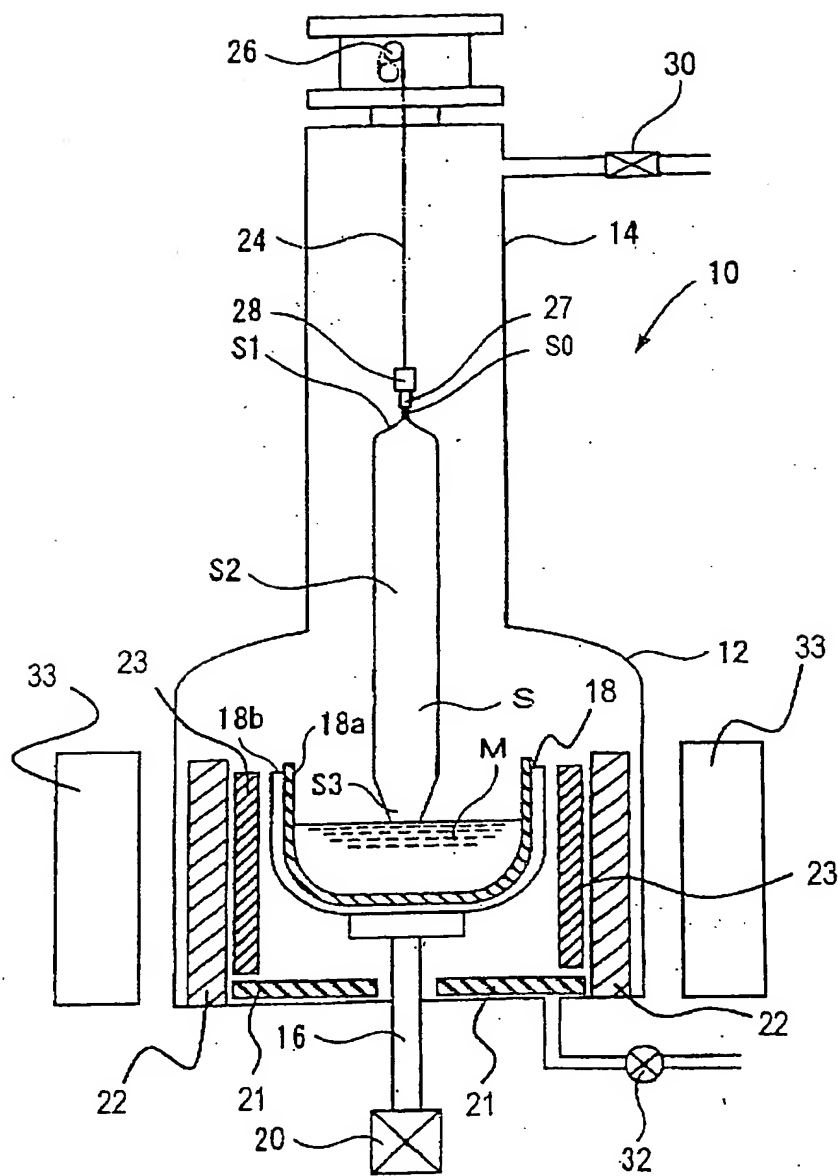


図 2

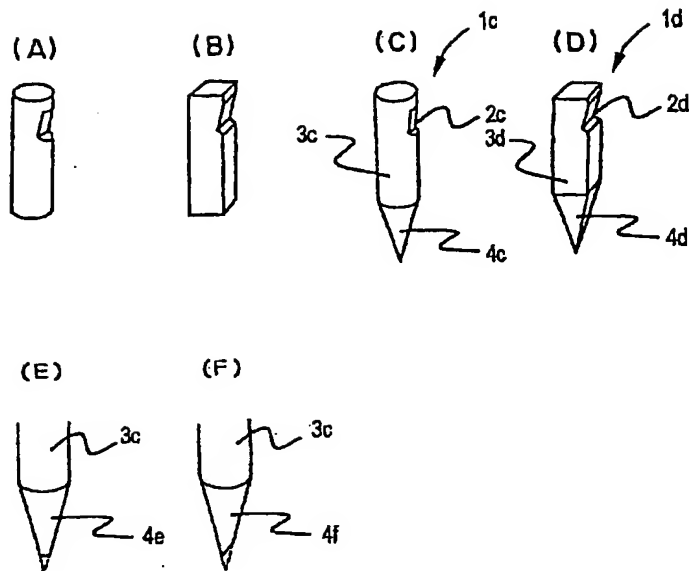
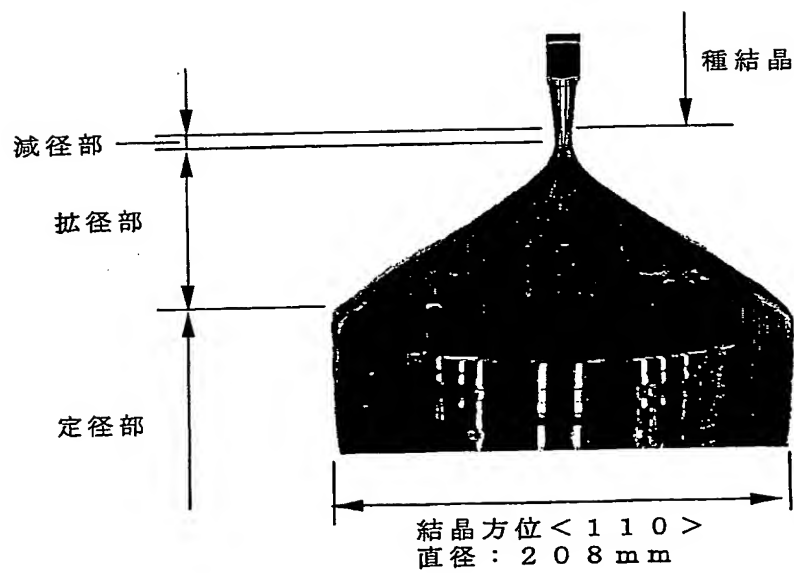
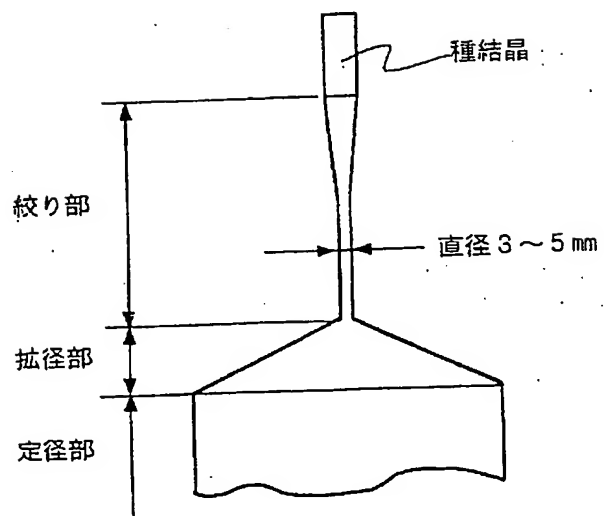


図 3



差替え用紙 (規則26)

図 4



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/05167

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
Int.Cl<sup>7</sup> C30B29/06, C30B15/36

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
Int.Cl<sup>7</sup> C30B1/00-35/00, H01L21/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched  
Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2003  
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2003 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2003

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y A	JP 5911823 A (KOMATSU ELECTRONICS METALS CO., LTD.), 15 June, 1999 (15.06.99), Claims 1 to 10 & JP 9-165298 A	5-7 1, 3-4 2
Y	EP 854211 A1 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.), 22 July, 1998 (22.07.98), Claims 1 to 7; column 12, lines 4 to 15 & JP 10-203898 A & US 5911822 A	1, 3-4
A	EP 879903 A1 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.), 19 May, 1998 (19.05.98), & JP 10-324594 A & US 6197108 B1	1-3

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:  
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance  
"E" earlier document but published on or after the international filing date  
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)  
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means  
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed  
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention  
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone  
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art  
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
05 June, 2003 (05.06.03)

Date of mailing of the international search report  
17 June, 2003 (17.06.03)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/05167

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 1-203287 A (NEC Corp.), 16 August, 1989 (16.08.89), (Family: none)	4-7

## 国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP03/05167

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))  
Int. Cl. C30B29/06, C30B15/36

B. 調査を行った分野  
調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))  
Int. Cl. C30B1/00-35/00, H01L21/02

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの  
日本国実用新案公報 1926-1996年  
日本国公開実用新案公報 1971-2003年  
日本国登録実用新案公報 1994-2003年  
日本国実用新案登録公報 1996-2003年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X Y A	US 5911823 A (KOMATSU ELECTRONICS METALS CO. LTD.) 1999.06.15 請求項1-10 & JP 9-165298 A	5-7 1, 3-4 2
Y	EP 854211 A1 (SHIN-ETSU HANDOTAI COMPANY LIMITED) 1998.07.22 請求項1-7, 第12欄第4-15行 & JP 10-203898 A & US 5911822 A	1, 3-4

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&amp;」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

05.06.03

国際調査報告の発送日

17.06.03

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JJP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

横山 敏志

4G

2927

電話番号 03-3581-1101 内線 3416



C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	EP 879903 A1 (SHIN-ETSU HANDOTAI COMPANY LIMITED) 1998.05.19 & JP 10-324594 A & US 6197108 B1	1-3
A	JP 1-203287 A (日本電気株式会社) 1989.08.16 (ファミリーなし)	4-7